

332512



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE UN MATERIAL INORGÁNICO AUXILIAR PARA FILTROS CON PRERREVESTIMIENTO", a favor de la firma alemana VEB JENAPHARM, domiciliada en "Otto-Schott-Str.13"-JENA - Alemania.

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de un material inorgánico auxiliar para filtros con prerrevestimiento, en especial filtros de tambor con capa de aluvión y filtros-prensa con capa filtrante auxiliar, especialmente apropiados para la filtración de fluidos difícilmente filtrables.

10. La filtración por prerrevestimiento (filtración con capa de aluvión) ha adquirido en los últimos años importancia creciente en la moderna tecnología de filtración de soluciones de cultivos de antibióticos difícilmente filtrables, en la elaboración



de soluciones orgánicas de la industria alimenticia provistas de partículas de albúmina, así como en la regeneración de aceites residuales y otros fluidos semejantes difícilmente filtrables, empleados en las industrias inorgánica y orgánica.

5. Esta filtración por prerrevestimiento se lleva a cabo, como es sabido, principalmente con ayuda de tierra de infusorios que, desde hace ya bastante tiempo, se fabrica en las calidades más diversas o bien, en casos especiales, también con fécula de patata. Para sustituir estos medios auxiliares de la filtración, relativamente caros, se viene esforzando la industria en hallar otros medios auxiliares apropiados para la filtración. La tierra de infusorios, en calidad de medio auxiliar para la filtración, tiene que ser transformada en material adecuado de prerrevestimiento por procedimientos costosos y complicados de purificación y tamizado. Vastos ensayos fueron llevados a cabo para sustituir los medios auxiliares para la filtración, citados, por polvo de madera, diversas clases de carbón finamente molido, suspensiones de CaCO_3 , etc. En definitiva, todas las precitadas sustancias eran aplicables en determinadas condiciones y no condujeron al éxito deseado.
- 10.
- 15.
- 20.

- Los materiales citados, tales como la tierra de infusorios y la fécula, poseen a base de su fina estructura, propiedades que los hacen muy apropiados para la filtración por prerrevestimiento, y compensan las contracciones de volumen durante el proceso de filtración, sin formación de grietas, debido a entrelazarse las diversas partículas. Dado el estado actual de la técnica descrito hasta ahora, es comprensible que únicamente puedan ser tomados en consideración, como nuevos medios de prerrevestimiento, los materiales que poseen estructuras similares a las comprendidas comprobadas en los medios auxiliares para la fil-
- 25.
- 30.



tración antes citados. A base de estas exigencias se ha ocupado -la tecnología de la filtración por prerrevestimiento sustancialmente con la tierra de infusorios, y únicamente ha empleado fécula en casos especiales. Otras sustancias apropiadas no se hallaban hasta ahora a su disposición.

5.

La finalidad del presente invento estriba en descubrir un material nuevo para la filtración por prerrevestimiento, que sea fácilmente asequible y puede ser empleado sin necesidad de procedimientos técnicos especiales.

10.

La misión del invento es crear un procedimiento por el que se pueda fabricar una capa de aluvión uniforme, exenta de grietas, que sea apropiada para la filtración por prerrevestimiento mediante filtros de células giratorias o de otros tipos. Esta capa de aluvión ha de poseer una adherencia suficiente, así como

15.

una capacidad de filtración constante, y al mismo tiempo debe poder ser separada fácilmente.

El procedimiento conforme al invento se ocupa de la obtención de una sustancia cristalina apropiada a base de $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ que, en su estructura, en el tamaño uniforme de los cristales y en sus propiedades filtrantes, se corresponda ampliamente con los materiales citados anteriormente, siendo en parte superior a ellos.

20.

Mediante condiciones de cristalización adecuadas y teniendo en cuenta las relaciones de solubilidad, es posible, partiendo de yeso, preferiblemente de yeso para modelar, $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, conseguir en máquinas batidoras, en determinadas condiciones de temperatura y de refrigeración, el tamaño apropiado de cristales de $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ en suspensión acuosa y fase heterogénea, y emplear este material directamente a partir de la suspensión, como material de aluvión.

25.

Mediante condiciones de reacción adecuadas, se pueden obtener capas filtrantes con distintas capacidades de filtración, apro-

30.



- piadas para diversos problemas de filtración, pudiendo gobernarse la formación de los tamaños de cristales precisos para cada caso, desde 20 a 130 μm y más. Es posible asimismo producir los cristales apropiados de sulfato de calcio hidratado en un orden
5. de tamaño adecuado, partiendo de soluciones de cloruro de calcio y reacciones con sulfato sódico, o bien a partir de óxido, carbonato e hidróxido de calcio u otros compuestos de calcio, y reacción con ácido sulfúrico. Una determinada adición de H_2SO_4 a una reacción normal de $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, es apropiada además para ex-
10. traer las impurezas residuales del material fundamental, y para mejorar la estructura del material auxiliar filtrante obtenido.
- Frente a los medios auxiliares para la filtración empleados hasta hoy en día, resultan las ventajas siguientes:
- Empleo de materias primas baratas, fácilmente asequibles en
15. muchos países. Obtención de un material filtrante deseado, con capacidades de filtrado definidas. Formación de una capa de prerrevestimiento en extremo constante y eficaz que, en cuanto a estabilidad y formación de grietas, es comparable a una capa formada a partir de tierra de infusorios y fécula de patata. Mediante la
20. formación de cristales monoclinicos, de forma de filamentos, del sulfato de calcio con 2 moles de agua de cristalización, tiene lugar una reticulación recíproca en la capa de aluvión, que origina una solidificación adicional de la capa filtrante auxiliar e influye favorablemente en su duración. Es decisivo que el crecimiento de los cristales durante la reacción de su obtención pueda ser
25. gobernado de tal modo, que se consigue la formación de monocristales y se evitan ampliamente las aglomeraciones. El material auxiliar filtrante así obtenido, puede ser conservado en suspensión durante tiempo indefinido, pero también puede ser aislado y secado de
30. manera conveniente, y ser utilizado después como material auxiliar

20 OCT



- para la filtración. El tamaño de los cristales se fija mediante las condiciones de reacción previstas, y no puede ser variado por el aislamiento y secado ulteriores. En comparación con la tierra de infusorios y la fécula de patata, posee el nuevo producto
5. ventajas más favorables, por una parte en cuanto al volumen en estado húmedo, ya que debido a la formación del $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a partir de $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ durante la cristalización, tiene lugar un aumento definido de volumen del material auxiliar filtrante, mientras que, por otra parte, una capa filtrante auxiliar, una vez
10. aplicada, puede permanecer adherida sobre el tambor incluso durante tiempo de paro, sin necesidad de vacío, sin variar por ello su capacidad de filtración, lo que se debe a una reticulación cristalina. La tierra de infusorios y la fécula de patata se desprenderían del tambor en esta operación sin vacío, y tendrían que ser
15. aplicadas de nuevo.

- El nuevo material auxiliar filtrante puede ser empleado también en otros problemas de filtración conocidos, en forma de aditivo, a condición de que la pequeña proporción de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ soluble no perjudique al producto a filtrar. En contraposición a
20. la tierra de infusorios, es considerablemente menor el desgaste de los rascadores en el filtro de células giratorias al ser empleado el $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

EJEMPLO 1º.

- 1000 Kg. de $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ (yeso de alabastro para modelar),
25. con un tiempo de fraguado de entre 6 y 16 minutos, se incorporan lentamente a 20 m^3 de agua caliente a 90°C ., dentro de una máquina batidora caldeable. Después de batirse vigorosamente durante 30 minutos a 90°C ., se deja enfriar la mezcla a temperatura normal de 20 a 25°C . en el curso de 3 horas, mientras se sigue agitando.
30. Mediante control de la estructura cristalina y el ensayo



5. previo de la formación de prerrevestimiento en un filtro pequeño, se puede comprobar el final de la reacción heterogénea. La suspensión enfriada consiste en 1190 kg. de monocristales monoclinicos de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ de un tamaño medio de $85 \mu\text{m}$, y forma, al ser aplicada a partir de esta suspensión sobre un filtro de células giratorias de 20 m^2 , una capa de aluvión de aproximadamente 6 a 8 cm. de espesor. La capacidad de filtración de esta capa de aluvión, es comparable a la capacidad de una capa de aluvión de fécula de patata o de tierra de infusorios de igual espesor.

10.

EJEMPLO 1ª.

15. 1000 kg. de $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ (yeso de alabastro para moldear) con un tiempo de fraguado de entre 6 y 16 minutos, se incorporan a 20 m^3 de agua caliente a 90°C ., dentro de una máquina batidora caldeable. Al cabo de 30 minutos de batir vigorosamente a 90°C ., se deja enfriar la mezcla a la temperatura normal de 20 a 25°C ., en el curso de 3 horas, mientras se sigue agitando. Después de enfriada la suspensión heterogénea hasta 60 a 70°C ., se agregan 35 a 50 litros de H_2SO_4 concentrado y se deja enfriar la masa preparada como en el Ejemplo 1ª hasta la temperatura final. Si fuera necesario se puede reajustar el valor pH después de terminada la reacción, con ayuda de NaOH. Las cantidades necesarias de H_2SO_4 se determinan en el laboratorio para las diferentes cargas de yeso.

20.

25.

EJEMPLO 2ª.

30. 100 kg. de $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ se incorporan a 2000 litros de agua a 15 a 20°C . agitando y mezclando vigorosamente, y se baten durante 15 a 20 horas. A partir de la hora duodécima se extraen pruebas y se verifica la formación de cristales y del prerrevestimiento en un filtro de ensayo. Al final de la reacción



heterogénea se obtienen 118,8 kg. de una suspensión de cristales de sulfato de calcio con 2 moles de agua de cristalización, oscilando el tamaño de los monocristales principalmente entre 25 y 30 μm .

5. La capacidad de filtración de esta capa es 40% inferior a la capacidad de filtración de la capa conforme al Ejemplo 1^o, pudiendo ser empleada especialmente para una filtración en la que se conceda importancia a la brillantez del producto filtrado.

10. EJEMPLO 3^o.

Las condiciones de preparación son las mismas que en el Ejemplo 1^o. amasándose el $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ en frío para al cabo de 30 minutos de amasado ser calentado a 90°C. mientras se sigue agitando. Una vez alcanzada la temperatura de 90°C. se deja en-

15. friar la mezcla hasta temperatura normal en el curso de 3 horas. La suspensión de prerrevestimiento consiste en sulfato de calcio con 2 moles de agua de cristalización, con cristales de un tamaño de 40 μm , aproximadamente.

EJEMPLO 4^o.

20. Las condiciones de preparación son las mismas que en los Ejemplos 1^o y 2^o.

El $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ se incorpora a las cantidades de agua correspondientes a una temperatura de 45 a 50°C., dejándose enfriar al cabo de 30 minutos de reacción hasta la temperatura

25.

normal. Se obtiene una suspensión cristalina con un tamaño medio de cristales de 45 μm .

EJEMPLO 4^oa.

30. Las condiciones de preparación son las mismas que en los Ejemplos 1^o y 2^o.



Eligiendo una temperatura de 60°C. se obtienen cristales de un tamaño medio de 70 μm

EJEMPLO 5º.

5. El CaCO_3 , Ca(OH)_2 o CaO se preparan con ácido sulfúrico en proporciones molares a 90°C. y al cabo de un tiempo de reacción de 30 a 60 minutos se dejan enfriar a temperatura normal en el transcurso de 3 horas.

10. Se obtienen suspensiones de cristales de un tamaño comprendido entre 40 y 60 μm . Del mismo modo puede llevarse a cabo la reacción de CaCl_2 con Na_2SO_4 .

EJEMPLO 6º.

15. Se trata aquí de la filtración de aceites residuales u otras soluciones orgánicas impurificadas, a través de capas de prerrevestimiento filtrantes consistentes en $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Las correspondientes cantidades de material de prerrevestimiento, obtenido conforme a los Ejemplos 1º, 2º, 3º, 4º y 5º, se aíslan por métodos de filtración conocidos (a través de filtros de células giratorias o de otros filtros conocidos), se secan a temperaturas por debajo de 50°C. y este material secado al aire se prepara para la formación de una capa de prerrevestimiento para filtros de células giratorias de modo que, por ejemplo, en la regeneración de aceites residuales, el material de prerrevestimiento se mezcla con las cantidades correspondientes de un aceite más fluido y, de la manera en sí conocida, se aplica como capa de aluvión sobre un filtro de vacío, de células giratorias, un filtro-prensa, un filtro de bujías u otros tipos de filtros conocidos.

20. A través de esta capa de aluvión pueden ser filtrados regenerados de aceites residuales con aditamentos de tierra decolorante, o también otros fluidos no acuosos, que hayan de ser purificados por este método.

25.

30.



N O T A

Hecha la descripción del presente invento se declara como nuevo y de propia invención lo que a continuación se reivindica:

- 1.- Un procedimiento de fabricación de un material inorgánico auxiliar para filtros con prerrevestimiento, especialmente filtros de tambor con capa de aluvión y filtros-prensa con capa filtrante auxiliar, caracterizado porque un sulfato de calcio de la composición $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ es transformado en monocristales monoclinicos de sulfato de calcio de un tamaño de 20 a 130 μm y de la composición $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, mediante la preparación de una suspensión acuosa o sulfatada en fase heterogénea a temperatura de hasta 90°C. que seguidamente se deja enfriar hasta una temperatura de 20 a 25°C., preferentemente en el transcurso de 3 a 6 horas.
- 2.- Un procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar compuestos de calcio apropiados, preferentemente CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ o CaO , en proporciones molares con ácido sulfúrico o sales sulfatadas, a temperaturas de hasta 90°C., y porque la solución de la reacción se deja enfriar hasta una temperatura de 20 a 25°C., preferentemente en el transcurso de 3 a 6 horas.
- 3.- Un procedimiento, de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ de tamaño definido, aislado después del filtrado y secado, puede ser empleado en fase acuosa y orgánica como material filtrante auxiliar para otras tecnologías de filtración conocidas
- 4.- Un procedimiento de fabricación de un material inorgánico auxiliar para filtros con prerrevestimiento.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diez hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

